

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-083802

(43)Date of publication of application : 26.03.1999

(51)Int.Cl.

G01N 27/62

G01N 1/22

H01J 49/04

(21)Application number : 09-239748

(71)Applicant : OKI ELECTRIC IND CO LTD  
DENSHI KAGAKU KK

(22)Date of filing : 04.09.1997

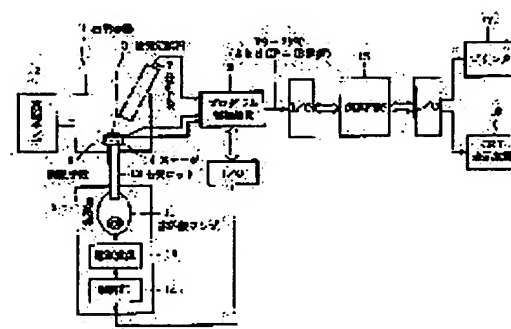
(72)Inventor : HIRASHITA NORIO  
UCHIYAMA TAIZO

## (54) DESORPTION GAS BY TEMPERATURE RISE ANALYSIS METHOD AND APPARATUS

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To detect a degassing state corresponding to a specimen temperature by recording a deviation between a stage temperature and a temperature of a specimen to be placed on the stage over a specified temperature range, and correlating the measured stage temperature with the recorded one.

**SOLUTION:** This apparatus comprises a closed vessel 1 to make a vacuum atmosphere, a stage 4 to place a measured specimen 3, heater 5, temperature measuring means 6, and program controller 8 or the like. As a jig, a temperature measuring element is disposed inside a temperature constituting specimen with shape and material close to the measured specimen 3, and a program controller 8 include recording means for correlating an output temperature  $T_j$  of the temperature measuring element and a temperature  $T_s$  of the stage 4 appearing at the temperature measuring means 6 with this jig placed on the stage 4. With the jig being a vacuum state, it is varied by the temperature of the stage 4 and a given temperature gradient, the output temperature  $T_j$  and the temperature  $T_s$  of the stage 4 are recorded, and during degas analysis, the temperature of the measured material 3 is estimated from the temperature  $T_s$  of the stage 4.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 13.07.2004

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application  
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection][Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-83802

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月26日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
G 0 1 N 27/62  
1/22  
H 0 1 J 49/04

識別記号

F I  
G 0 1 N 27/62 B  
1/22 R  
H 0 1 J 49/04

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平9-239748  
(22) 出願日 平成9年(1997) 9月4日

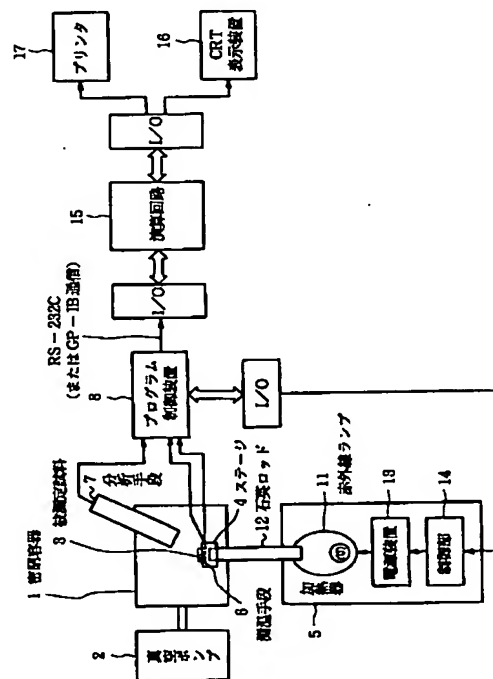
(71) 出願人 000000295  
沖電気工業株式会社  
東京都港区虎ノ門1丁目7番12号  
(71) 出願人 391016255  
電子科学株式会社  
東京都武蔵野市西久保1丁目3番10号  
(72) 発明者 平下 紀夫  
東京都港区虎ノ門1丁目7番12号 沖電気  
工業株式会社内  
(72) 発明者 内山 泰三  
東京都武蔵野市西久保1丁目3番10号 電  
子科学株式会社内  
(74) 代理人 弁理士 井出 直孝 (外1名)

(54) 【発明の名称】 昇温脱離ガス分析方法および装置

(57) 【要約】

【課題】 真空雰囲気中のステージ上に載置された試料の温度を正確に推定し、その試料温度に対応する脱離ガスの状態を正確に測定検出する。

【解決手段】 測定しようとする試料と近似する形状および材質である温度測定用試料の内部に測温素子を配置した治具を用意し、この治具を真空雰囲気中に配置されたステージ上に載置して、そのステージの温度を時間の経過にしたがって変化させながら、ステージの温度 ( $T_s$ ) と測温素子の出力温度 ( $T_j$ ) とを対比させた記録を作成し、この記録を参照してステージの温度に対する被測定試料の温度を推定する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 試料を真空雰囲気中に配置されたステージ上に載置し、このステージの温度（ $T_s$ ）を計測しながら時間の経過にしたがって真空雰囲気中に脱離するガスの種類およびまたは量を分析する昇温脱離ガス分析方法において、

測定しようとする試料に近似する形状および材質であってその内部に測温素子を配置した治具を用意し、

この治具を前記ステージ上に載置してそのステージの温度を時間の経過にしたがって変化させ（もしくは維持させ）ながら、そのステージの温度（ $T_s$ ）と前記測温素子の出力温度（ $T_j$ ）とを対比させた記録を作成し、試料について行われた分析には、前記ステージの温度から前記記録に基づき試料の温度を推定することを特徴とする昇温脱離ガス分析方法。

【請求項 2】 前記ステージの温度（ $T_s$ ）と前記測温素子の出力温度（ $T_j$ ）とを対比させた記録は、所定の温度範囲にわたり

$$T_j = f(T_s)$$

なる関数により表示される請求項 1 記載の昇温脱離ガス分析方法。

【請求項 3】 真空雰囲気を作る密閉容器と、この密閉容器の中に配置され被測定試料を載置するステージと、この被測定試料を加熱する加熱器と、このステージの温度（ $T_s$ ）を計測する測温手段と、前記密閉容器の内部に現れる気体分子の分析手段とを備えた昇温脱離ガス分析装置において、

前記ステージに載置される試料に近似する形状および材質であってその内部に測温素子が配置された治具を備えたことを特徴とする昇温脱離ガス分析装置。

【請求項 4】 前記治具を前記ステージに載置した状態でその測温素子出力に現れた温度（ $T_j$ ）と前記ステージの温度（ $T_s$ ）とを対応させて記録する記録手段を備えた請求項 3 記載の昇温脱離ガス分析装置。

【請求項 5】 前記ステージの温度を制御するプログラム制御装置を備え、

前記記録手段の記録内容は、所定の温度範囲にわたり

$$T_j = f(T_s)$$

として関数により表示され、

前記プログラム制御装置には、この関数がインストールされ、前記ステージの温度（ $T_s$ ）をこの関数にしたがって演算変換した出力（ $T_j$ ）を送出およびまたは表示する手段を備えた請求項 4 記載の昇温脱離ガス分析装置。

【請求項 6】 前記被測定試料が半導体ウエーハであるとき、前記治具は、その半導体ウエーハの規格毎に設けられ、その半導体ウエーハと同一規格の半導体ウエーハをベースとして、その半導体ウエーハの表面に前記測温素子が形成された構造である請求項 3 記載の昇温脱離ガス分析装置。

【請求項 7】 試料を真空雰囲気中に配置されたステージ上に載置し、このステージの温度（ $T_s$ ）を計測しながら時間の経過にしたがって真空雰囲気中に脱離するガスの種類およびまたは量を分析する昇温脱離ガス分析方法において、

測定しようとする試料に近似する形状および材質であってその内部に測温素子を配置した治具を用意し、

この治具を前記ステージ上に載置してその測温素子出力に現れる温度（ $T_j$ ）が時間に対して直線的に上昇するようにステージの温度（ $T_s$ ）を調節するとともにそのステージの温度（ $T_s$ ）を時間の経過にしたがって記録し、

試料を前記ステージ上に載置して行う分析に際しては、前記ステージの温度を記録したとおりに時間の経過にしたがって調節することを特徴とする昇温脱離ガス分析方法。

【請求項 8】 前記治具が前記ステージ上に載置されその測温素子出力に現れる温度（ $T_j$ ）が時間に対して直線的に上昇させたときのステージの温度（ $T_s$ ）を時間の経過にしたがって記憶する手段と、

この記憶する手段に記憶されたとおりに時間の経過にしたがって自動的に前記ステージを加温する手段とを備えた請求項 3 記載の昇温脱離ガス分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、真空雰囲気中に置かれた試料を加温することにより、この試料から脱離する微量の気体分子を分析する昇温脱離ガス分析方法および装置の改良に関する。このような昇温脱離ガス分析装置は、半導体の製造工程で、その製造歩留りや半導体材料を改善するために、製造工程あるいは投入材料の評価をする装置として利用されるものであるが、本発明は、半導体製造工程に限らず広く利用することができる。

## 【0002】

【従来の技術】 本願出願人が権利者である特許第 2619731 号（脱離ガス検出装置および方法、平成 9 年 3 月 11 日登録）には、本願発明を実施する分析装置が詳しく記載されている。この装置は、試料を真空雰囲気中に配置されたステージ上に載置し、赤外線加熱源によりこのステージの温度を計測しながら時間の経過にしたがってそのステージの温度をゆるやかに上昇させ、温度変化に対応して試料から真空雰囲気中に脱離するガスの種類および（または）量を分析する装置である。真空チャンバの大きさは、例えば直径 25 cm 高さ 25 cm 程度の円筒形状であり、その真空チャンバの内部に設けられたステージは一边が 40 mm ほどの正方形の金属台であり、このステージを加温する手段は赤外線発生ランプおよびその赤外線を前記ステージの裏面に導く円筒形状の石英からなる。そのステージの上に載置する試料は、例えば半導体ウエーハであり、その大きさは例えば縦 1

0mm横10mm厚さ1mmほどである。

【0003】この真空チャンバに質量分析計を接続し、試料を加温することにより真空雰囲気内にその試料から脱離する気体分子の質量を測定することができる。また時間の経過とともにその気体分子の数を計数することができる。その気体分子の質量から、その気体が水（水蒸気）であるとか、水素であるとかを検出することができる。

【0004】検査対象となる試料は、例えば半導体製造工程の中から抜き取られた半導体ウエーハである。この工程中の半導体ウエーハをこのようにして検査することにより、この半導体ウエーハの表面に残留する薬液の種類を特定することができ、半導体製造工程のいずれの部分でそのような薬液が残留することになったかを知る。そして、これを半導体製造工程にフィードバックして、その工程を改良することができる。

【0005】脱離する気体として、例えば水（ $H_2O$ ）に着目すると、試料温度を横軸にとり毎秒検出される分子の数を縦軸にとることにより、検出曲線を得てこれにより試料表面に残留する水分子の状態の評価を行うことになる。その一例を説明すると、試料温度が低いときに真空中に脱離した水分子は試料表面に単に物理的に付着していた水分子であり、試料温度が高いときに真空中に脱離した水分子は半導体材料の主成分であるシリコン

（Si）に表面で結合していた水分子であり、試料温度が中程度になるときに真空中に脱離した水分子は、シリコン表面でシリコンに結合する水素分子に結合していた水分子である、などのように水分子の状態を分析評価することができる。

【0006】このような評価を正しく行うには、試料温度を所望のとおり制御することが必要である。一般には、試料温度を室温から400°C程度まで、時間の経過に対して直線的にゆっくりと上昇させ、試料温度を横軸に毎秒検出される分子の数を縦軸にとる。したがって、検出曲線の横軸に表示される温度を正確に測定することが必要であり、検出曲線の横軸に表示される温度を時間軸と一致させることができるように、時間の経過にしたがって試料温度を正しく直線的に変化させることが必要である。

【0007】このような試料の温度を真空中で直接に測定することは不可能であることから、従来例装置では、試料を載置するステージに測温素子として熱電対を取付け、この熱電対に生じる起電力を電線により真空チャンバの外に導き出し、これを外部で測定することによりステージの温度を計測するようになっていた。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この方法で計測されるステージの温度は試料の温度とはいくらかのずれがある。すなわち、この従来例装置でステージの温度を計測しながら、同時にそのステージの上に載置された

半導体ウエーハの表面温度を別の温度測定手段で測定してみると、その二つの測定温度にはずれがあることがわかった。この温度のずれは測定された検出曲線の位置に影響するものであり、結果的に脱離ガスの評価を狂わせることになるものであり望ましいことではない。

【0009】真空チャンバの中の試料には、温度を測定するために温度センサなどを接触させたとしても、正しく表面温度を測定することはできない。すなわち、温度センサを試料に確実に接触させることができない。また、温度センサを接触させたことによる温度センサへの熱の流失により実際の温度より低く測定される。また、光学的に表面温度を測定することにしても、その装置は大きかりであり、加熱源の光の検出による測定誤差を避けて測定することはできない。

【0010】本発明は、このような背景に行われたものであって、真空雰囲気の中に設けたステージに載置された試料の温度を正確に推定することができる方法および装置を提供することを目的とする。本発明は、脱離ガスの状態を正確に測定することができる方法および装置を提供することを目的とする。本発明は、試料温度に対応する脱離ガスの状態を正しく検出することができる方法および装置を提供することを目的とする。本発明は、試料温度を時間の経過に対して直線的に加温することができる装置を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、加熱のためのステージの温度と、このステージ上に載置される試料の温度とのずれをその試料について定められた温度範囲にわたって記録しておき、測定したステージの温度をこの記録に対比させて試料の正しい温度を推定することの特徴とする。

【0012】すなわち、本発明の第一の観点は、昇温脱離ガス分析方法であって、試料を真空雰囲気中に配置されたステージ上に載置し、このステージの温度（ $T_s$ ）を計測しながら時間の経過にしたがってそのステージの温度を変化させあるいは一定値に維持し、温度に対応して真空雰囲気中に脱離するガスの種類およびまたは量を分析する昇温脱離ガス分析方法において、測定しようとする試料と近似する形状および材質であってその内部に測温素子を配置した治具を用意し、この治具を前記ステージ上に載置してそのステージの温度を時間の経過にしたがって変化させながら、そのステージの温度（ $T_s$ ）と前記測温素子の出力温度（ $T_j$ ）とを対比させた記録を作成し、試料について行われる分析には、前記ステージの温度から前記記録に基づき試料の温度を推定することの特徴とする。

【0013】実際に、ステージの温度を計測しても、そのステージに載置された試料の温度との間にはずれがある。この温度のずれは、試料の上表面から熱放散があり、その試料の下表面を加温しても、試料の温度はステ

ージ温度よりわずかに低くなる。さらに、試料は小さい薄い形状ではあるが、それなりの熱容量があるから、ステージの上に載置してステージを加温しても、試料の温度はステージの温度に完全に追従するのではなくいくぶん時間遅れがある。

【0014】検査対象となる生産品に近似する形状および材質の温度校正用試料を準備し、この温度校正用試料に測温素子を内装した治具を作成して、真空雰囲気中に配置されたステージ上に載置する。加熱器により載置された温度構成用試料を加熱し、時間の経過にしたがって温度を変化させながらステージの温度 ( $T_s$ ) を測定するとともに、このステージの温度 ( $T_s$ ) に対応する治具の温度、すなわち測温素子の出力温度 ( $T_j$ ) を測定し温度校正曲線を記録する。

【0015】試験をしてみると、ステージの温度 ( $T_s$ ) を変化させると治具 (試料も同じ) の温度 ( $T_j$ ) の追従時間は2〜3秒程度である。そして温度のずれは、ステージの温度が低い領域では数° Cであり、温度が高い領域では数十° Cにも及ぶことがわかる。

【0016】前記ステージの温度 ( $T_s$ ) と前記測温素子の出力温度 ( $T_j$ ) とを対比させた記録は、所定の温度範囲にわたり

$$T_j = f(T_s)$$

として関数により表示することができる。

【0017】上述のように追従時間は2〜3秒程度であるから、加温装置のパワーが小さく加温勾配が緩やかであるときには、加温勾配によって前記関数  $f$  を別個に設ける必要はない。しかし、加温勾配が急である場合には、加温勾配毎に前記関数  $f$  を設定することが必要になる。

【0018】例えば、検査対象となる生産品の試料に対しステージの温度 ( $T_s$ ) を常温から1000°Cまでゆっくりとした温度勾配で変化させ、ある温度間隔毎にステージの温度 ( $T_s$ ) に対応する測温素子 (治具) の出力温度 ( $T_j$ ) を測定し温度校正曲線 (図8参照) を作成する。

【0019】ステージ温度 ( $T_s$ ) と測温素子の出力温度 ( $T_j$ ) との関係を示す温度校正曲線は、所定の温度範囲にわたり

$$T_j = f(T_s)$$

で示される関数に近似するので、この関数を演算することにより、ステージの温度 ( $T_s$ ) から正確な試料の温度 ( $T_j$ ) を推定することができる。その推定温度に基づき生産品の脱離ガスの状態を正しく評価することができる。

【0020】本発明の第二の観点は、昇温脱離ガス分析装置であって、真空雰囲気を作る密閉容器と、この密閉容器の中に配置され被測定試料を載置するステージと、このステージ上に載置された試料を加熱する加熱器と、このステージの温度 ( $T_s$ ) を計測する測温手段と、前

記密閉容器の内部に現れる気体分子の分析手段とを備えた昇温脱離ガス分析装置において、前記ステージに載置される試料と近似する形状および材質であってその内部に測温素子が配置された治具を備えたことを特徴とする。この治具を前記ステージに載置した状態でその測温素子出力に現れた温度 ( $T_j$ ) と前記ステージの温度 ( $T_s$ ) とを対応させて記録する記録手段とを備えることができる。

【0021】前記ステージの温度を制御するプログラム制御装置を備え、前記記録手段の記録内容は、所定の温度範囲にわたり

$$T_j = f(T_s)$$

として関数により表示され、前記プログラム制御装置には、この関数がインストールされ、前記測温手段の出力 ( $T_s$ ) をこの関数にしたがって演算変換した出力 ( $T_j$ ) として出力しあるいは表示する手段を備えることが望ましい。また、前記被測定試料が半導体ウエーハであるとき、前記治具は、その半導体ウエーハの規格毎に設けられ、その半導体ウエーハと同一規格の半導体ウエーハをベースとして、その半導体ウエーハの表面に前記測温素子が形成された構造にすることができる。

【0022】密閉容器内のステージ上に被測定試料を載置し、真空ポンプにより密閉容器内を真空状態にして、加熱器により被測定試料を加熱することにより、被測定試料からガスが脱離し密閉容器内部に現れる。測温手段が加熱されたステージの温度 ( $T_s$ ) を計測し、分析手段が被測定試料から脱離したガスの質量を検出して電気信号として出力する。この質量の検出を被測定試料の加熱開始から脱離ガスが極めて小さくなる温度まで行い、その温度 (または経過時間) の関数として、検出物質の質量毎にその信号強度を継続的に記録し、その質量毎にその信号強度 (または時間) について積分値を演算する。この積分値を用いて標準サンプルに対する比例関係から脱離したガス分子の個数を求めることにより脱離ガスの分析が行われる。

【0023】そのために、被測定試料そのものの正確な温度を知ることが必要であるが、被測定試料はステージを介して赤外線により加熱されるために、ステージに備えられた測温手段が検出する温度と被測定試料の温度とはかならずしも同じ値にはならずいくらかのずれを生じる。これは被測定試料そのものの温度を測定すれば解決するものであるが、被測定試料の温度測定には非接触型の色によって温度を判定する測温装置が用いられるので、正確なデータが得にくく、かつそのデータ処理が困難である。

【0024】本発明の特徴とするところは、脱離ガスの分析を行う前に、温度校正用試料に測温素子を内装した治具をステージ上に載置し、密閉容器内を真空状態にしてステージの温度を時間の経過にしたがって所定の温度勾配で変化させ、測温素子からの出力温度 ( $T_j$ ) とス

ステージの温度 ( $T_s$ ) と対応させて被測定試料の温度校正用データとして記録しておき、被測定試料の脱離ガス分析の際には、ステージの温度 ( $T_s$ ) から被測定試料の温度を推定することにある。

【0025】プログラム制御装置の制御によりステージの温度を変化させて記録された温度校正用データは、所定の温度範囲にわたり

$$T_j = f(T_s)$$

として関数により表示し、プログラム制御装置にインストールしておく。

【0026】ここで、検査対象となる生産品から試料を抜き取りステージ上に載置し、密閉容器内を真空状態にして、時間の経過にしたがって変化させたステージの温度 ( $T_s$ ) を測温手段により計測し、分析手段による脱離ガスの分析を行う。プログラム制御装置は測温手段の出力、すなわちステージの温度 ( $T_s$ ) を前記関数にしたがって演算変換し、これを被測定試料の温度 ( $T_j$ ) として表示する。これにより正確な被測定試料の温度における脱離ガスの量を分析することができる。

【0027】被測定試料が半導体ウエーハであるときには、半導体ウエーハは規格によって製造されているので、半導体ウエーハと同一規格のものをベースとしてその表面に測温素子を形成することによりこの治具を作ることができる。

【0028】本発明の第三の観点は、昇温脱離ガス分析方法であって、被測定資料の温度 ( $T_j$ ) を時間の経過にしたがって直線的に上昇させることを特徴とする。すなわち本発明は、試料を真空雰囲気中に配置されたステージ上に載置し、このステージの温度 ( $T_s$ ) を計測しながら時間の経過にしたがって真空雰囲気中に脱離するガスの種類およびまたは量を分析する昇温脱離ガス分析方法において、測定しようとする試料と近似する形状および材質であってその内部に測温素子を配置した治具を用意し、この治具を前記ステージ上に載置してその測温素子出力に現れる温度 ( $T_j$ ) が時間に対して直線的に上昇するようにステージの温度 ( $T_s$ ) を時間の経過にしたがって加温するパターンを習得しておき、試料を前記ステージ上に載置して行う分析に際しては、この習得した加温するパターンにしたがって前記ステージの温度を時間の経過にしたがって加温することを経験とする。

【0029】すなわち、この方法では、前記治具をステージ上に載置してその測温素子出力に現れる温度 ( $T_j$ ) を観測しながらステージを加温するが、その際にその温度 ( $T_j$ ) が時間の経過に対して直線的になるような加温パターンを習得する。試料をそのステージ上に載置して行う分析に際しては、この習得した加温パターンにしたがってステージを加温を行う。このようにステージを加温を行うことにより、被測定試料が時間の経過に対して直線的に加温され、その加温経過時間からその被測定試料の温度を推定することができる。

【0030】このようにして習得した加温パターンは、例えば横軸に時間を取り縦軸にステージの温度をとった時間温度特性である。習得モードでは、前記治具をステージに載置して、治具の内部に装着された測温素子出力に現れる温度が時間の経過にしたがって直線的になるように加温装置の電流を制御する。このときのステージの温度の時間特性をメモリに記憶させておく。被測定試料がステージに載置された分析モードでは、このメモリに記憶された加温パターンにしたがってステージを加温するヒータ電流を時間の経過にしたがって制御する。

【0031】

【発明の実施の形態】

【0032】

【実施例】次に、本発明実施例を図面に基づいて説明する。図1は本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置の要部の構成を示すブロック図、図2は本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置の外観形状を示す正面図、図3は本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置の要部の外観形状を示す部分斜視図、図4は本発明実施例に用いられる治具の形状の一例を示す斜視図である。

【0033】本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置は、真空雰囲気を作る密閉容器1と、この密閉容器1を真空に維持する真空ポンプ2と、密閉容器1の中に配置され被測定試料3を載置するステージ4と、この被測定試料3を加熱する加熱器5と、ステージ4の温度  $T_s$  を計測する測温手段6と、密閉容器1の内部に現れる気体分子の質量を分析する分析手段7と、ステージの温度を制御するプログラム制御装置8とが備えられる。

【0034】さらに、本発明の特徴として、図4に示すステージ4に載置される被測定試料3と近似する形状および材質の温度構成用試料の内部に測温素子9が配置された治具10が備えられ、プログラム制御装置8にはこの治具10をステージ4に載置した状態で測温素子9の出力に現れた温度  $T_j$  と測温手段6に現れたステージ4の温度  $T_s$  とを対応させて記録する記録手段が含まれる。

【0035】この記録手段の記録内容は、所定の温度範囲にわたり

$$T_j = f(T_s)$$

として関数により表示され、プログラム制御装置8には、この関数がインストールされ、測温手段6の出力  $T_s$  をこの関数にしたがって演算変換した出力  $T_j$  として表示する手段が備えられる。

【0036】治具10は、製品規格によって構成値が異なるので、被測定試料3が半導体ウエーハであるときは、その半導体ウエーハの規格毎に設けられ、その半導体ウエーハと同一規格の半導体ウエーハをベースとして、その半導体ウエーハの表面に測温素子9が形成された構造に構成される。半導体ウエーハ以外の生産品の場合も規格毎あるいは生産ロット毎に設けられるが、ロッ

ト毎に設けた場合には、より正確な分析を行うことができる。

【0037】加熱器5には、熱源となる赤外線ランプ11と、その一端がこの赤外線ランプ11に結合され他端がステージ4に接合されて赤外線を伝達する石英ロッド12と、赤外線ランプ11に電源を供給する電源装置13と、この電源装置13を制御する制御部14とが備えられる。

【0038】プログラム制御装置8には、ステージ4の温度 $T_s$ を計測する測温手段6および分析手段7の出力が接続され、図5に示すように治具10を用いて温度校正を行うときには、測温素子9の出力が接続される。さらに、RS-232C（またはGPIB通信）およびインタフェース回路を介して演算回路15が接続され、この演算回路15には、被測定試料3の加熱開始からその被測定試料3からの脱離ガスがきわめて小さくなる温度までの温度（または経過時間）の関数として、検出物質の質量毎にその信号強度を継続的に記録し、その質量毎にその信号強度の温度（または時間）についての積分値を演算して、その積分値を基準値に対する比としてCRT表示装置16の画面に表示するとともに、プリンタ17に印字表示する手段が備えられる。

【0039】密閉容器1は中心軸が鉛直に配置された一つの金属円筒21により形成され、その両端面に蓋が被せられて密閉される。ステージ4の被測定試料3を載置する面は金属円筒21の中心軸に垂直な平面になるように形成され、金属円筒21の上端面に被せられた蓋の中心にステージ4を透過する赤外線を外部に放散させる赤外線透過窓22が形成される。なお、図2および図3中、23はロードロックチャンバから被測定試料を密閉容器1に搬送載置の際に監視するためのポート、24はロードロックチャンバ、25は試料移載用マニピュレータ、26は試料出入ポート、27はのぞき窓である。

【0040】本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置により行われる試料分析の操作は、真空状態に保った密閉容器1内の真空ポンプ2の上に、ゲート弁を持つロードロックチャンバ24から被測定試料3を搬送載置し、十分高い真空度が得られてから、加熱器5から赤外線を照射しステージ4上の被測定試料3を加熱する。加熱された被測定試料3からは脱離ガスが放出される。このガス分子を直接分析手段7の取入口に導入して、この分子をイオン化し、加速して電界および磁界、あるいはそのいずれかを通過させることによりその質量数と質量数に対応するイオン強度を測定する。この分析手段7の動作については公知であるのでここで詳しい説明を省略する。

【0041】図6は本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置により行われた脱離ガスの分析結果の一例を示す図である。この例はシリコン基板を被測定試料3として水素（ $H_2$ ）の脱離を記録したもので、横軸に温度上温の経過をとり、縦軸に分析手段7により検出された水素

（ $H_2$ ）の信号強度が示されている。温度範囲R内の斜線部分の面積Sを演算することにより脱離した全水素分子の量を求めることができる。

【0042】このように、被測定試料3の脱離ガス分析は室温から時間の経過にしたがって設定された温度勾配で温度を上昇させながら行われる。測定される温度は被測定試料が載置されたステージ4の温度であって、分析上必要とされるのは被測定試料3そのものの温度である。被測定試料3はステージ4上に載置された状態で加熱されるので、ステージ4の測温手段6が示す温度と被測定試料3の温度とはいくらかのずれを生じる。

【0043】本発明の特徴とするところは、検査対象となる生産品に近似する形状および材質の温度校正用試料を準備し、この試料に測温素子9を配置した図4に示す治具10を用いて、あらかじめステージ4の温度 $T_s$ に対する治具10の温度の校正記録を作成しておき、測定されたステージ4の温度 $T_s$ から被測定試料3の真の値に近い温度を推定することにある。

【0044】ステージ4の温度 $T_s$ と治具10の温度 $T_j$ とは、所定温度にわたり、前述したように、

$$T_j = f(T_s)$$

として関数であらわされるので、その値をプログラム制御装置8が校正データとして記録しておき、計測されたステージ4の示す温度 $T_s$ から校正値すなわち被測定試料3の温度を取出す。この校正曲線はCRT表示装置16に表示することができ、プリンタ17により印字出力することができる。

【0045】ステージ4の温度 $T_s$ と治具10の温度 $T_j$ との関係を示す関数は、 $A_0$ 、 $A \sim N$ を係数とする、

$$T_j = A_0 + A T_s + B T_s^2 + C T_s^3 + \dots + N T_s^n$$

の式の9次式で近似できることが実験により得られている。

【0046】ここで、本発明実施例装置によるステージ温度と治具の温度との校正動作および被測定試料の測定動作について説明する。

【0047】図7は本発明実施例におけるステージ温度と治具の温度との校正動作の流れを示すフローチャートである。

【0048】図5に示すように、密閉容器1内のステージ4上に治具10が載置され、計測条件がすべて設定された状態で、計測開始の操作入力が行われると、プログラム制御装置8は、制御部14の制御により電源装置13から電流を供給し赤外線ランプ11を起動する。

【0049】次いで、ステージ4に備えられた測温手段6の温度が所定曲線をたどるように、あらかじめ設定された時間をもって電源装置13が供給する電流を加減し加熱温度を変化させ上昇させる。この温度上昇の過程で測温手段6の出力温度 $T_s$ と治具10に備えられた測温



素子 9 の出力温度  $T_j$  を同時に取込み作表する。これをその被測定試料 3 についての最高温度に達するまで行い、最高温度に達したときに、

$$T_j = f(T_s)$$

の演算を行って  $f$  の値を求め記録する。

【0050】図 8 は本発明実施例装置の校正動作により得られた校正曲線の一例を示す図である。この校正曲線によりステージ 4 の出力温度  $T_s$  に対する治具 10 の出力温度、すなわち被測定試料 3 の各温度における出力温度の補正值を得ることができる。

【0051】次に、この校正曲線を用いた被測定試料 3 の温度測定動作について説明する。図 9 は本発明実施例における被測定試料の温度測定動作の流れを示すフローチャートである。

【0052】図 1 に示すように、密閉容器 1 内のステージ 4 上に被測定試料 4 が載置され、真空状態を含む計測条件がすべて設定された状態で、計測開始の操作入力が行われると、プログラム制御装置 8 は、制御部 14 の制御により電源装置 13 から電流を供給し赤外線ランプ 11 を起動する。

【0053】次いで、測温手段 6 の温度が所定曲線をたどるように、あらかじめ設定された時間をもって電源装置 13 が供給する電流を加減し加熱温度を変化させ上昇させる。この温度上昇の過程で測温手段 6 の出力温度  $T_s$  を取込み、これをその被測定試料 3 についての最高温度に達するまで行う。最高温度に達したときに、治具 10 により記録された校正データを参照して、その被測定試料 3 の校正温度を演算し、この校正温度を記録するとともに演算回路 15 に出力する。

【0054】演算回路 15 では、この校正温度に基づいた正確な被測定試料温度で図 6 に示すような脱離ガスの分析を行う。

【0055】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、脱離ガスの分析を行う際に、被測定試料を載置するステージの温度と、このステージにより加熱される被測定試料の加熱温度とのずれを正確に補正することができるので、被測定試料からの脱離ガスの状態を高い精度で測定することができる。また、本発明によれば被測定試料の温度を時間の経過に対して直線的に上昇させることができるから、測定データの時間軸は温度軸に対応することになり、データの評価がしやすくなる。これによりその被測定試料の属する生産品の製造歩留りを向上させるとともに、市場における信頼性を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置の要部の構成を示すブロック図。

【図 2】本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置の外観形状を示す正面図。

【図 3】本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置の要部の外観形状を示す部分斜視図。

【図 4】本発明実施例に用いられる治具の形状の一例を示す斜視図。

【図 5】本発明実施例による測温素子をステージ上に載置した状態を示す部分拡大図。

【図 6】本発明にかかわる昇温脱離ガス分析装置により行われた脱離ガスの分析結果の一例を示す図。

【図 7】本発明実施例におけるステージ温度と治具の温度との校正動作の流れを示すフローチャート。

【図 8】本発明実施例に用いた治具により計測した温度  $T_j$  とステージ温度  $T_s$  との関係を示す図。

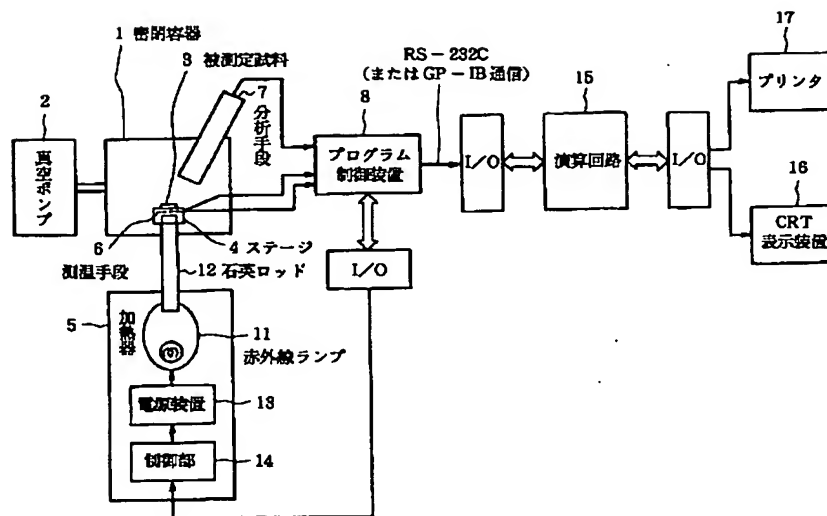
【図 9】本発明実施例における被測定試料の温度測定動作の流れを示すフローチャート。

【符号の説明】

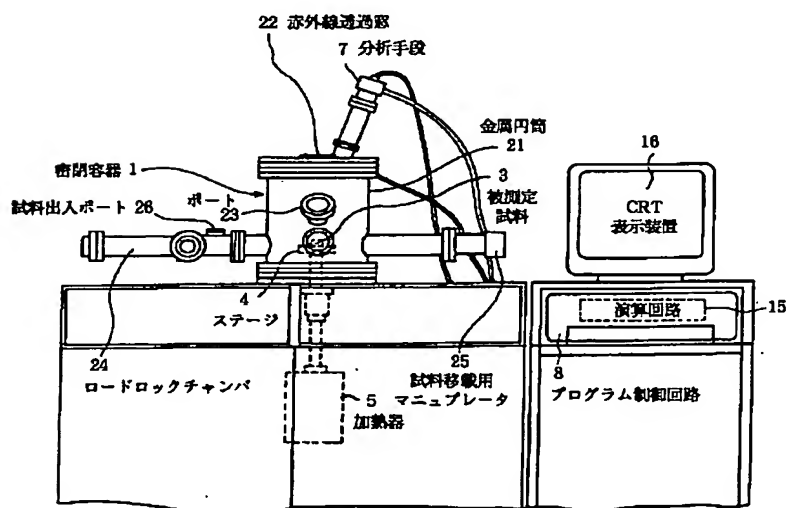
- 1 密閉容器
- 2 真空ポンプ
- 3 被測定試料
- 4 ステージ
- 5 加熱器
- 6 測温手段
- 7 分析手段
- 8 プログラム制御装置
- 9 測温素子
- 10 治具
- 11 赤外線ランプ
- 12 石英ロッド
- 13 電源装置
- 14 制御部
- 15 演算回路
- 16 CRT 表示装置
- 17 プリンタ
- 21 金属円筒
- 22 赤外線透過窓
- 23 ポート
- 24 ロードロックチャンバ
- 25 試料移載用マニピュレータ
- 26 試料出入ポート
- 27 のぞき窓



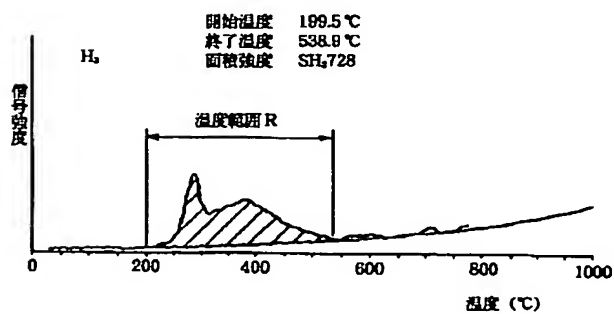
【図 1】



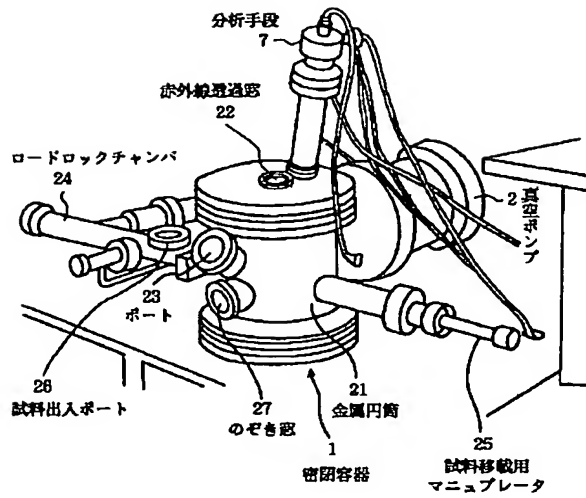
【図 2】



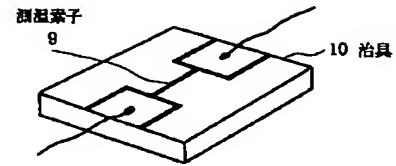
【図 6】



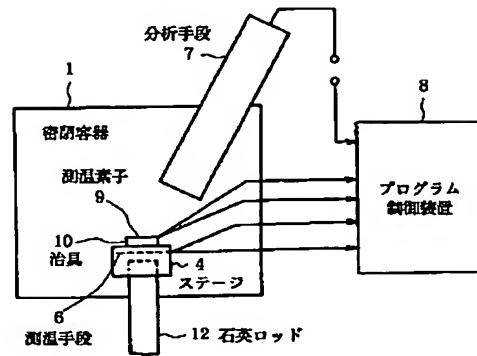
【図 3】



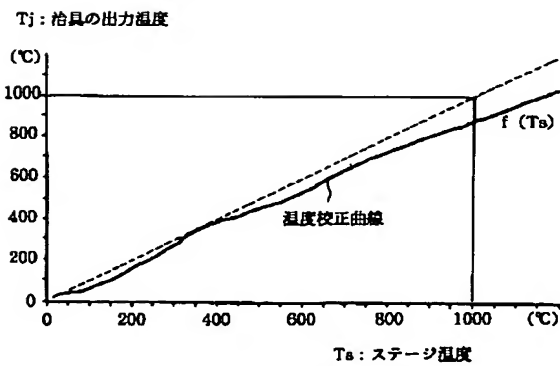
【図 4】



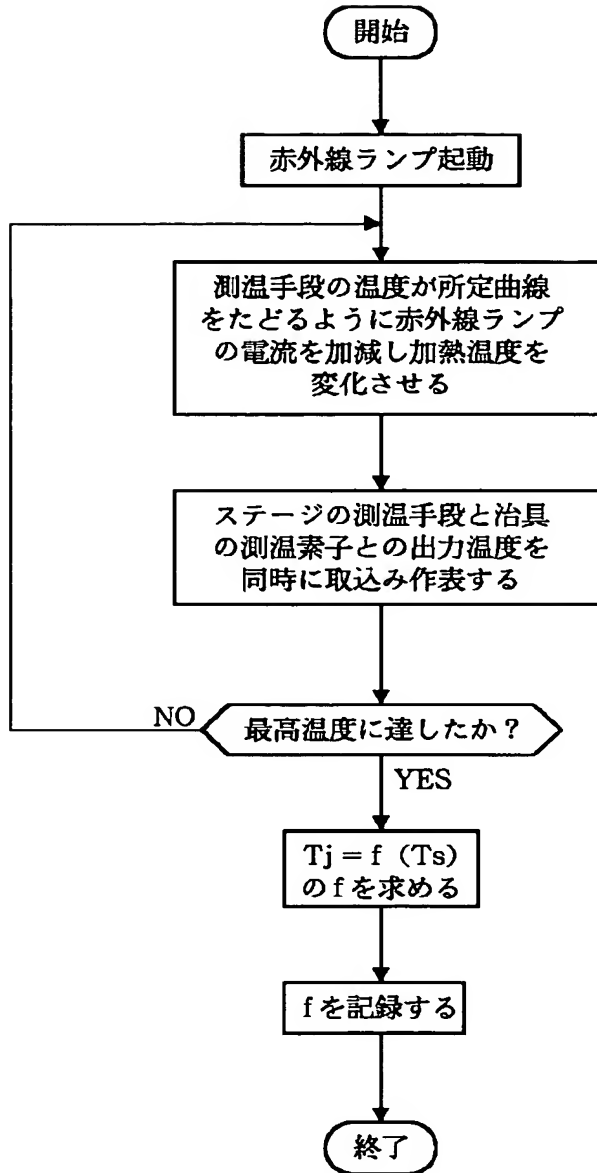
【図 5】



【図 8】



【図 7】



【図 9】

